

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 746 791

②1 N° d'enregistrement national : 97 03643

⑤1 Int Cl<sup>6</sup> : C 03 C 17/36, C 03 C 27/12, C 23 C 14/34, B 60 J 1/02

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 20.03.97.

③0 Priorité : 26.03.96 GB 9606281.

④3 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 03.10.97 Bulletin 97/40.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été  
établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : GLAVERBEL SOCIETE ANONYME  
BELGE — BE.

⑦2 Inventeur(s) : DEPAUW JEAN MICHEL et NOVIS  
YVAN.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : DUTHOIT LEGROS ET ASSOCIÉS.

⑤4 SUBSTRAT REVÊTU DESTINÉ A UN VITRAGE TRANSPARENT A HAUTE SELECTIVITE.

⑤7 Substrat transparent revêtu d'un empilement et son  
procédé de fabrication, ledit empilement étant constitué  
dans l'ordre depuis le substrat, d'une première couche dié-  
lectrique non absorbante, d'une première couche d'argent  
ou d'alliage d'argent, d'une deuxième couche diélectrique  
non absorbante, d'une seconde couche d'argent ou d'al-  
liage d'argent et d'une troisième couche diélectrique non  
absorbante. L'épaisseur géométrique de l'ensemble des  
couches métalliques est comprise entre 16,5 et 22 nm,  
l'épaisseur optique de la première couche non absorbante,  
entre 50 et 56 nm, celle de l'ensemble des couches non  
absorbantes entre 220 et 260 nm et le rapport d'épaisseur  
de la deuxième couche non absorbante à la première entre  
2.1/1 et 2.8/1.

Le produit selon l'invention est destiné à être incorporé à  
un vitrage feuilleté, en particulier constituant un pare-brise  
de véhicule.

FR 2 746 791 - A1



## **Substrat revêtu destiné à un vitrage transparent à haute sélectivité**

La présente invention se rapporte à un substrat revêtu, en particulier à une feuille transparente revêtue destinée à être incorporée à un vitrage feuilleté à haute sélectivité, c'est-à-dire possédant un rapport élevé transmission lumineuse/transmission énergétique.

5 Des vitrages feuilletés comprenant des feuilles de substrat revêtues qui leur procurent une haute sélectivité sont couramment utilisés pour des vitrages de véhicules, particulièrement d'automobiles et de voitures de chemins de fer. Ces fonctions posent les impératifs conflictuels de fournir une transmission lumineuse appropriée, dans de nombreux cas tels que définis par  
10 des obligations légales, tout en protégeant les occupants du véhicule contre le rayonnement solaire. Il est souhaitable que le vitrage présente également une teinte agréable pour les occupants du véhicule et les passants.

Plusieurs des termes utilisés pour décrire les propriétés d'un substrat revêtu ont des sens précis définis par une norme appropriée. Ceux  
15 utilisés dans la présente description comprennent les termes suivants, dont la plupart sont définis par la Commission Internationale de l'Eclairage («CIE»).

Dans la présente description, on utilise deux illuminants standard: l'Illuminant C et l'Illuminant A, tels que définis par la CIE. L'Illuminant C représente la lumière du jour moyenne d'une température de  
20 couleur de 6700K. L'Illuminant A représente le rayonnement d'un radiateur de Planck à une température d'environ 2856K. Cet illuminant représente la lumière émise par des phares de voiture et est essentiellement utilisé pour évaluer les propriétés optiques de vitrages de véhicules.

Le terme «transmission lumineuse» (TLA) utilisé ici est tel que  
25 défini par la CIE, à savoir le flux lumineux transmis à travers un substrat en tant que pourcentage du flux lumineux incident de l'Illuminant A.

Le terme «transmission énergétique» (TE) utilisé ici est tel que défini par la CIE, à savoir l'énergie totale directement transmise à travers un substrat sans changement de longueur d'onde. Il exclut l'énergie absorbée par  
30 le substrat (AE).

Le terme «sélectivité» (SE) utilisé ici est le rapport de la transmission lumineuse (TLA) sur la transmission énergétique (TE).

Le terme «pureté de couleur» utilisé ici se réfère à la pureté d'excitation mesurée avec l'Illuminant C tel que défini dans le Vocabulaire International de l'Eclairage de la CIE, 1987, pages 87 et 89. La pureté est définie selon l'échelle linéaire dans laquelle une source définie de lumière  
5 blanche a une pureté de zéro et la couleur pure a une pureté de 100%. Pour des fenêtres de véhicules la pureté du substrat revêtu est mesurée depuis la face externe de la fenêtre.

La longueur d'onde dominante ( $\lambda_p$ ) est l'onde de crête dans la gamme transmise ou réfléchiée par le substrat revêtu.

10 Les termes «indice de réfraction» et «indice d'absorption spectrale» sont définis dans le Vocabulaire International de l'Eclairage de la CIE, 1987, pages 127, 138 et 139.

Le substrat est plus spécialement une matière vitreuse telle que du verre mais peut également être une autre matière rigide transparente telle  
15 que du polycarbonate ou du polyméthyl méthacrylate.

Pour différentes raisons, plusieurs d'entre elles étant relatives à la transmission sonore ou calorifique ou à la sûreté en cas de rupture, le vitrage comprend normalement deux ou plusieurs feuilles laminées entre elles. Un panneau feuilleté classique comprend, séquentiellement, une première couche  
20 de verre, une couche d'adhésif transparent tel que du polyvinyl butyral (PVB) et une deuxième couche de verre. L'épaisseur de chaque couche de verre est généralement comprise entre 1,6 et 3 mm. L'indice de réfraction moyen du panneau, en ignorant l'effet des couches de revêtement, est généralement de 1,5. Le revêtement est généralement appliqué sur la face intérieure (c'est-à-dire  
25 la face en contact avec l'adhésif) de la feuille qui formera la feuille externe du panneau une fois mis en oeuvre, mais il peut en variante être appliqué à la face intérieure de la feuille interne dudit panneau une fois mis en oeuvre.

Un vitrage feuilleté tend à présenter des propriétés optiques différentes de celles d'une feuille de verre simple. Les différences naissent  
30 principalement de l'emploi de feuilles multiples. Il faut dès lors prendre garde lors de la fabrication d'un vitrage feuilleté de déterminer de manière appropriée les matériaux, les épaisseurs et les couches du revêtement afin d'obtenir les propriétés du vitrage feuilleté souhaitées.

Pour des fenêtres de véhicules l'exigence légale de transmission  
35 lumineuse (TLA) des pare-brise est au moins 70% aux USA et au moins 75% en Europe. Vis-à-vis du rayonnement solaire, l'énergie totale directement transmise (TE) est de préférence inférieure à 50%. Un autre facteur est la coloration du substrat revêtu qui devrait présenter une apparence agréable.

Une teinte rose peut être trouvée plaisante et une teinte verte peut l'être davantage, ce qui pose le problème supplémentaire d'obtenir une couleur voulue pour le revêtement tout en répondant aux exigences de transmission lumineuse élevée et de transmission énergétique faible.

5 Les exigences pour les vitrages de voitures de chemins de fer sont similaires à celles ci-dessus quoiqu'elles ne soient pas régies de manière aussi stricte par la loi. Il reste cependant nécessaire d'assurer une transmission lumineuse élevée et une transmission énergétique faible.

10 Pour des applications destinées à des véhicules la pureté de la couleur réfléchie est de préférence faible. On a trouvé que ceci était particulièrement difficile à obtenir avec un niveau élevé de transmission lumineuse et un niveau faible de transmission énergétique.

Il est devenu de plus en plus courant d'appliquer à des feuilles de verre plusieurs couches de revêtement, formant un empilement, pour modifier  
15 leurs propriétés de transmission et de réflexion. Des propositions antérieures de couches de métal et d'oxyde métallique en de nombreuses combinaisons différentes ont été faites pour servir d'empilement de revêtement pour conférer au verre des propriétés choisies. Une combinaison récente de couches attirant l'attention a été l'empilement dit à «cinq couches», qui comprend  
20 spécifiquement trois couches d'oxyde métallique appliquées en alternance avec deux couches de métal.

Le brevet US 4 965 121 décrit un tel empilement pour du verre destiné à des pare-brise de véhicules, lequel empilement comprend séquentiellement depuis le substrat: une première couche de matière  
25 diélectrique, une deuxième couche de matière métallique partiellement réfléchissante, une troisième couche de matière diélectrique, une quatrième couche de matière métallique partiellement réfléchissante, et une cinquième couche de matière diélectrique. La matière diélectrique doit posséder un indice de réfraction compris entre 1,7 et 2,7. Les première et cinquième couches ont  
30 substantiellement les mêmes épaisseurs optiques, qui représentent 33-45% de l'épaisseur optique de la troisième couche. Les deuxième et quatrième couches ont des épaisseurs comprises entre 75 et 100% l'une de l'autre. L'empilement revendiqué donne une transmission lumineuse élevée et une coloration substantiellement neutre en réflexion.

35 Le brevet français 2 708 926-A1 décrit de manière similaire un empilement à cinq couches, dans le cas présent destiné à conférer à du verre pour véhicule ou pour le bâtiment une sélectivité aussi élevée que possible tout en conservant un aspect visuel plaisant en réflexion. Il tend à atteindre ce but

par un empilement comprenant séquentiellement depuis le substrat: une première couche de matière diélectrique, une première couche métallique possédant des propriétés de réflexion de l'infrarouge, une deuxième couche de matière diélectrique, une deuxième couche métallique possédant des propriétés de réflexion de l'infrarouge et une troisième couche de matière diélectrique. La première couche réfléchissant l'infrarouge a une épaisseur de 55-57% de la deuxième couche réfléchissant l'infrarouge.

On a découvert que la combinaison requise des propriétés optiques selon l'invention peut être réalisée, et d'autres avantages peuvent être obtenus, par un substrat revêtu de cinq couches de natures et d'épaisseurs spécifiques et présentant des rapports spécifiques des épaisseurs respectives de certaines couches.

La présente invention se rapporte à un substrat revêtu, destiné à être incorporé à un vitrage feuilleté, possédant une transmission lumineuse élevée et une transmission énergétique faible, comprenant un substrat transparent portant deux couches métalliques constituées d'argent ou d'alliage d'argent et trois couches d'une matière diélectrique transparente non absorbante, séquentiellement depuis le substrat: première couche non absorbante / première couche métallique / deuxième couche non absorbante / seconde couche métallique / troisième couche non absorbante, caractérisé en ce que l'épaisseur géométrique totale des couches métalliques est comprise entre 16,5 et 22 nm, l'épaisseur optique de la première couche non absorbante est comprise entre 50 et 56 nm, l'épaisseur optique totale des couches non absorbantes est comprise entre 220 et 260 nm et le rapport d'épaisseur deuxième couche non absorbante/ première couche non absorbante est compris entre 2,1/1 et 2,8/1.

L'invention se rapporte en outre à un procédé de fabrication d'un substrat revêtu destiné à un vitrage feuilleté possédant une transmission lumineuse élevée et une transmission énergétique faible, caractérisé en ce qu'il comprend le dépôt sur un substrat transparent de deux couches métalliques constituées d'argent ou d'alliage d'argent et de trois couches d'une matière diélectrique transparente non absorbante, séquentiellement depuis le substrat: première couche non absorbante / première couche métallique / deuxième couche non absorbante / seconde couche métallique / troisième couche non absorbante, caractérisé en ce que l'épaisseur géométrique totale des couches métalliques est comprise entre 16,5 et 22 nm, l'épaisseur optique de la première couche non absorbante est comprise entre 50 et 56 nm, l'épaisseur optique totale des couches non absorbantes est comprise entre 220 et 260 nm

et le rapport d'épaisseur deuxième couche non absorbante/ première couche non absorbante est compris entre 2,1/1 et 2,8/1.

Des substrats clairs revêtus selon l'invention procurent des vitrages feuilletés possédant la combinaison avantageuse d'une transmission lumineuse d'au moins 75% et d'une transmission énergétique inférieure à 42%. En fait, avec certains types de substrat en verre clair, la transmission énergétique peut être réduite à moins de 40%, tout en conservant une transmission lumineuse supérieure à 75%. De telles propriétés de transmission rendent très avantageux l'utilisation de panneaux feuilletés comme pare-brise de véhicules.

Une autre qualité souhaitée pour les vitrages de véhicules est une absorption énergétique faible, qui pourrait être de loin inférieure à la somme de la transmission énergétique et de la réflexion énergétique du vitrage.

Un panneau feuilleté selon l'invention procure également une teinte agréable en réflexion allant du rosâtre à la limite inférieure (2,10 à 2,40:1) du rapport d'épaisseur deuxième couche non absorbante : première couche non absorbante, au bleuâtre à la limite supérieure (2,70 à 2,80:1). Au centre de la gamme (2,45 à 2,65:1) la teinte est verdâtre, à condition que le rapport d'épaisseur troisième couche non absorbante : première couche non absorbante soit compris entre 0,85 et 1,10:1. Cette condition apparaît parce que la coloration est également affectée par le rapport d'épaisseur troisième couche non absorbante : première couche non absorbante.

Une fenêtre de véhicule comprenant une bordure périphérique noire appliquée par sérigraphie tend à faire apparaître une bande rose en réflexion près de la bordure. Cette bande, due à des interférences lumineuses entre le revêtement et la bordure sérigraphique, peut être évitée en augmentant d'environ 10% les épaisseurs des couches d'oxyde.

Pour une valeur donnée du rapport d'épaisseur deuxième couche non absorbante : première couche non absorbante dans la zone centrale verdâtre (2,45 à 2,65:1) et une valeur donnée du rapport d'épaisseur troisième couche non absorbante : première couche non absorbante dans la limite définie (0,85 à 1,10:1), la longueur d'onde dominante de l'ensemble feuilleté augmente, c'est-à-dire que sa coloration se déplace vers le jaune, lorsque l'épaisseur de la première couche métallique augmente par rapport à celle de la seconde couche métallique.

L'invention procure donc l'avantage supplémentaire de donner aisément la teinte verte couramment recherchée pour des fenêtres de véhicules,

en même temps qu'elle satisfait à la demande d'une transmission lumineuse élevée et d'une transmission énergétique faible.

Quoique l'utilisation d'un substrat clair soit nécessaire pour rencontrer les exigences européennes d'une transmission lumineuse de 75% pour des pare-brise de véhicules, l'invention comprend dans ses objets  
5 l'utilisation d'au moins une feuille de substrat qui est elle-même colorée. Par exemple pour une la transmission lumineuse légèrement inférieure requise pour des pare-brise aux USA (70%), des vitrages feuilletés selon l'invention comprenant au moins une feuille de verre colorée peuvent réduire la  
10 transmission énergétique à moins de 37%. Ces vitrages sont également appropriés en tant que fenêtres latérales de véhicules routiers. Pour des applications en tant que fenêtres latérales et lunettes arrière de véhicules, les vitrages feuilletés selon l'invention comprenant une feuille de verre colorée procurent la combinaison d'une transmission lumineuse d'au moins 30% et  
15 d'une transmission énergétique inférieure à 25%.

Les vitrages feuilletés selon l'invention procurent en outre des niveaux faibles de réflexion lumineuse, avec une réflexion maximum de 10% de la lumière incidente. De tels niveaux faibles de réflexion sont particulièrement avantageux dans des véhicules et dans des applications  
20 architecturales. Des niveaux élevés de lumière réfléchie sont inconfortables pour un observateur et dans le cas de fenêtres de véhicules routiers peuvent provoquer un risque d'éblouissement pour des conducteurs d'autres véhicules.

Dans certains cas, le revêtement est de préférence appliqué pendant l'étape de fabrication du verre, par exemple sur une feuille de verre plat dans ou après une enceinte de flottage de verre. Pour des vitrages destinés à des fenêtres de véhicules, qui doivent en général être bombés à la forme adaptée à celle du châssis du véhicule, le revêtement peut être appliqué avant ou après que le substrat ait été formé et bombé selon la forme et la dimension requises. Pour des vitrage de véhicules revêtus alors qu'ils sont encore plats et  
30 qui sont ensuite bombés, il faut prendre soin que l'action de bombage n'affaiblisse pas le revêtement. Ceci peut nécessiter un changement léger de la composition ou de la structure du revêtement qui rend ce dernier davantage capable de résister au bombage.

La faible épaisseur des couches d'un empilement selon  
35 l'invention procure des avantages en termes de gain de temps d'application des couches et d'économie de matières premières les composant.

L'épaisseur géométrique totale des couches métalliques est de préférence comprise entre 16,5 et 20 nm.

Le revêtement est de préférence appliqué sur une face de la feuille de substrat qui interne au vitrage feuilleté.

Les couches métalliques comprennent de l'argent ou un alliage d'argent, tel que qu'un alliages d'argent et de platine ou de palladium.

5 Le terme «matière non absorbante» utilisé dans la présente description se réfère à une matière dont l'indice de réfraction  $[n(\lambda)]$  est supérieur à la valeur de l'indice d'absorption spectrale  $[k(\lambda)]$  sur la totalité du spectre visible (380 à 780 nm). Avantageusement, la matière des couches non absorbantes possède un indice de réfraction supérieur à 10 fois l'indice  
10 d'absorption spectrale.

De préférence, la matière des couches non absorbantes possède un indice de réfraction mesuré à 550 nm compris entre 1,85 et 2,2, avantageusement entre 1,9 et 2,1.

15 Les matériaux constituant les couches non absorbantes comprennent des oxydes tels que l'oxyde d'étain ( $\text{SnO}_2$ ) et l'oxyde de zinc ( $\text{ZnO}$ ), des nitrures tels que le nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) ou un mélange de ces matériaux ou encore un complexe de matières non absorbantes tel que du stannate de zinc ( $\text{Zn}_2\text{SnO}_4$ ). L'oxyde de zinc est un matériau particulièrement préféré en raison de son imporatnt taux de dépôt, de son indice de réfraction -  
20 qui est très approprié aux exigences de l'invention - et de son effet avantageux sur la passivation de la couche d'argent.

Chaque couche de matière non absorbante peut comprendre plus d'une de ces matières et peut être une couche composite formée de sous-couches successives de composition différente l'une de l'autre, par exemple  
25 une couche d'oxyde de zinc divisée en deux ou plusieurs sous-couches par une ou plusieurs sous-couche(s) d'une autre matière non absorbante telle que de l'oxyde d'étain. Les sous-couches peuvent être déposées simultanément et/ou successivement. Il n'est pas essentiel que le métal et l'oxygène ou l'azote dans une couche soient présents en proportions stoechiométriques.

30 Une combinaison d'oxyde d'étain et d'oxyde de zinc est généralement avantageuse, en mélange ou en sous-couches successives. Ceci semble résulter de leurs indices de réfraction très similaires.

Le substrat revêtu selon l'invention peut comprendre en outre, en tant que partie d'une couche non absorbante, une couche mince de matière  
35 sacrificielle déposée au-dessus (c'est-à-dire déposée après) et en contact avec chaque couche métallique. Le but de la matière sacrificielle est de protéger l'argent ou l'alliage d'argent pendant le dépôt de la couche non absorbante



suivante. Des matières sacrificielles appropriées comprennent le titane et le zinc. Le titane est généralement préféré parce qu'il est facilement oxydable.

L'épaisseur optique totale de la matière sacrificielle, c'est-à-dire celle de la totalité des sous-couches de matière sacrificielle dans les couches non absorbantes respectives, ne doit pas être supérieure à 15 nm. Lorsque le processus de dépôt est terminé, la totalité de la matière sacrificielle est substantiellement oxydée.

Les couches du revêtement sont de préférence appliquées par pulvérisation cathodique. Ceci peut être effectué en introduisant le substrat dans une enceinte de traitement contenant une source appropriée à la pulvérisation assistée par magnétron, pourvue de vannes d'entrée et de sortie de gaz, d'un convoyeur de substrat, de sources de puissance, de conduites d'amenée de gaz et d'une conduite d'évacuation. Le substrat est transporté au niveau de la source de pulvérisation et soumis à une pulvérisation à froid sous une atmosphère appropriée (oxygène gazeux dans le cas d'un revêtement d'oxyde) afin de former la couche souhaitée sur le substrat. Le processus est répété pour chaque couche du revêtement.

Lorsqu'on utilise ce procédé, l'emploi d'une matière sacrificielle est hautement souhaitable afin de protéger la couche métallique contre l'oxydation pendant le dépôt ultérieur d'une couche non absorbante d'oxyde. Si cependant la matière non absorbante est un nitrure plutôt qu'un oxyde, la couche est déposée dans une atmosphère d'azote et une couche de matière sacrificielle n'est pas requise.

Parce que le nitrure de silicium est déposé au moyen d'une cathode de silicium qui a été dopée, par exemple avec de l'aluminium, du nickel, du bore, du phosphore et/ou de l'étain, les éléments dopants peuvent être présents dans la couche de matière non absorbante.

Des couches de revêtement peuvent être complétées par une couche de protection mince (2-5 nm) qui protège le revêtement sans modifier de manière significative les propriétés optiques du produit. Sinon, la troisième couche non absorbante sera habituellement une couche exposée. Des matières appropriées pour la couche mince complémentaire exposée de protection sont des oxydes, des nitrures et des oxynitrures de silicium. La silice ( $\text{SiO}_2$ ) est la matière généralement préférée. Cette couche procure au substrat revêtu une durabilité chimique et/ou mécanique améliorée, avec une modification faible ou non substantielle de ses propriétés optiques.

Des vitrages comprenant les ensembles feuilletés selon l'invention peuvent être installés en vitrages simples ou multiples, par exemple en vitrages doubles ou en pare-brise de véhicules.

Une version de vitrage multiple pour véhicules comprend un  
5 panneau feuilleté selon l'invention disposé face à une feuille de matière vitreuse transparente de laquelle il est séparé par un volume gazeux délimité par un espaceur périphérique. Dans ce vitrage la surface revêtue est dirigée vers l'espace gazeux.

Un vitrage feuilleté peut comprendre au moins deux feuilles de  
10 matière vitreuse transparente assujetties l'une à l'autre au moyen d'un film intermédiaire de matière adhésive polymère, où au moins une des feuilles est un substrat revêtu selon la présente invention, avec sa face revêtue dirigée vers l'adhésif polymère. Lorsque le substrat revêtu est utilisé dans une telle structure, l'emploi d'une couche mince de protection, telle que citée ci-dessus, est  
15 souhaitable pour protéger le revêtement d'un éventuel délaminage.

L'invention sera maintenant décrite plus en détail, en se référant aux exemples non limitatifs suivants.

Les propriétés du substrat revêtu citées dans les exemples ci-dessous sont mesurées sur la base d'un ensemble feuilleté comprenant,  
20 séquentiellement, une feuille de verre sodocalcique ordinaire ayant une épaisseur de 2,1 mm, un revêtement de ladite feuille, une couche adhésive de polyvinylbutyral (PVB) d'une épaisseur de 0,76 mm et une seconde feuille de verre ordinaire sodocalcique ayant une épaisseur de 2,1 mm.

#### EXEMPLES 1-10

Des échantillons d'une feuille de substrat constituée de verre de  
25 2,1 mm traversent un dispositif de dépôt en ligne comprenant deux enceintes de dépôt sous vide (à une pression de 0,3 Pa), un convoyeur de substrat, des sources de puissance et des vannes d'admission de gaz. Chaque enceinte de dépôt contient des cathodes de pulvérisation assistée par magnétron, des  
30 entrées de gaz et une sortie d'évacuation, le dépôt étant obtenu par déplacement de l'échantillon de substrat plusieurs fois sous les cathodes.

La première enceinte comprend des cathodes pourvues de cibles formées de zinc et d'étain et est utilisée pour déposer sous une atmosphère d'oxygène des couches non absorbantes d'oxyde de zinc et d'oxyde d'étain.  
35 La seconde enceinte comprend une cathode d'argent et une cathode de titane et est utilisée pour déposer ces métaux sous une atmosphère inerte (argon), le titane étant nécessaire au dépôt d'une couche sacrificielle. Chaque échantillon

de substrat est soumis à plusieurs passages pour obtenir la succession et l'épaisseur voulues des couches du revêtement.

Le verre utilisé en tant que substrat est du verre sodocalcique de 2,1 mm d'épaisseur présentant les autres propriétés suivantes:

5

Type de verre	TLA (%)	TE (%)	$\lambda_D$ (nm)	Pureté (%)
Clair (I)	90,6	87,8	571	0,5
Coloré (II)	84,4	67,6	508	1,3
10 Coloré (III)	80,2	59,5	509	1,8
Coloré (IV)	57,0	44,6	503	3,4

Dans chaque cas on applique au substrat:

- 15 - une première couche non absorbante (Ox-1) d'oxyde de zinc et d'oxyde d'étain,
- une première couche métallique d'argent (Ag-1),
- une deuxième couche non absorbante (Ox-2) d'oxyde de zinc, d'oxyde d'étain et d'oxyde de titane, cette dernière ayant une épaisseur optique de 7,5 nm et étant en contact avec la première couche métallique d'argent (Ag-1),
- 20 - une deuxième couche métallique d'argent (Ag-2),
- une troisième couche non absorbante (Ox-3) d'oxyde de zinc, d'oxyde d'étain et d'oxyde de titane, cette dernière ayant une épaisseur optique de 7,5 nm et étant en contact avec la deuxième couche métallique d'argent (Ag-2).

25 Les feuilles ainsi revêtues sont assemblées en panneaux feuilletés comprenant la feuille revêtue mentionné ci-dessus, une couche adhésive de polyvinylbutyral et une seconde feuille de verre de 2,1 mm. Dans les exemples 1 à 7, les deux feuilles sont constituées de verre clair (type I). Dans les exemples 8 à 10, au moins une des feuilles est constituée de verre coloré (types II, III ou IV).

30

D'autres caractéristiques de chacune des couches non absorbantes (Ox-1, Ox-2 et Ox-3) et d'argent (Ag-1 et Ag-2) de la feuille revêtue et les propriétés résultantes du vitrage feuilleté correspondant sont représentés dans les tableaux annexés.

35

Le tableau A reprend les matériaux constituant les couches non absorbantes de l'empilement du revêtement et leurs épaisseurs géométriques. Les exemples 1 à 4 et 8 à 10 présentent une couche Ox-1 comprenant des épaisseurs égales de  $\text{SnO}_2$  et de  $\text{ZnO}$ . Les exemples 5 à 7 présentent une couche Ox-1 comprenant 10 nm de  $\text{SnO}_2$ , le reste de l'épaisseur de ladite

couche étant constituée de ZnO. La couche Ox-2 de chaque exemple est constituée de la succession  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}/\text{SnO}_2/\text{ZnO}/\text{SnO}_2/\text{ZnO}$ , l'épaisseur des sous-couches extrêmes de ZnO étant la même, ainsi que celle des deux sous-couches de  $\text{SnO}_2$ , ces épaisseurs représentant elles-mêmes environ la moitié de celle de la sous-couche centrale de ZnO. La couche Ox-3 de chaque exemple comprend 2,5 nm de  $\text{TiO}_2$  et 10 à 13 nm de  $\text{SnO}_2$ , le reste de l'épaisseur de ladite couche étant de ZnO.

Le tableau B reprend pour les exemples 1 à 7 les épaisseurs optiques de chacune des couches, l'épaisseur optique totale des couches non absorbantes (Ox-1 + Ox-2 + Ox-3), le rapport des épaisseurs optiques des première et deuxième couches non absorbantes (Ox-2 : Ox-1), le rapport des épaisseurs optiques des première et troisième couche non absorbantes (Ox-3 : Ox-1), et pour le panneau feuilleté résultant, la transmission lumineuse sous illuminant A (TLA), la transmission énergétique (TE), la longueur d'onde dominante ( $\lambda_D$ ), la pureté et la teinte résultante. Le tableau C reprend des données similaires au tableau B mais pour les exemples 8 à 10 et mentionne en outre les types de verre utilisés.

Les panneaux des exemples 1 à 7 conviennent très bien en tant que pare-brise de véhicules. Le panneau de l'exemple 8 convient bien à une fenêtre latérale avant de véhicule et ceux des exemples 9 et 10 conviennent en tant que lunette arrière ou fenêtre latérale arrière de véhicules.

TABLEAU A

Exemple	Ox-1 $\text{SnO}_2/\text{ZnO}$ (nm)	Ox-2 $\text{TiO}_2/\text{ZnO}/\text{SnO}_2/\text{ZnO}/\text{SnO}_2/\text{ZnO}$ (nm)	Ox-3 $\text{TiO}_2/\text{ZnO}/\text{SnO}_2$ (nm)
1	13.1/13.1	2.5/10/10/23/10/10	2.5/13/13
2	14.0/14.0	2.5/11/11/22.5/11/11	2.5/11.25/11.25
3	13.4/13.4	2.5/11/11/22.5/11/11	2.5/10/10
4	13.0/13.0	2.5/10/10/22/10/10	2.5/11/11
5	10.0/17.0	2.5/11/11/22/11/11	2.5/22/10
6	10.0/15.0	2.5/10/11/20.5/11/10	2.5/20/10
7	10.0/15.6	2.5/11/11/21/11/11	2.5/11/10
8	14.5/14.5	2.5/11/12/24/12/11	2.5/15/10
9	14.5/14.5	2.5/11/12/24/12/11	2.5/15/10
10	14.5/14.5	2.5/11/12/24/12/11	2.5/15/10

TABLEAU B

Exemple	Ox-1 ZnO/SnO <sub>2</sub> (nm)	Ag-1 (nm)	Ox-2 ZnO/SnO <sub>2</sub> (nm)	Ag-2 (nm)	Ox-3 ZnO/SnO <sub>2</sub> (nm)	Ox total (nm)
1	52.4	8.9	132.0	8.9	58.7	243.1
2	56.0	9.0	140.7	9.0	51.3	248.0
3	53.4	8.8	134.7	8.0	46.3	234.3
4	51.6	9.6	130.1	8.0	50.3	232.0
5	54.0	8.8	138.3	8.8	70.3	262.6
6	50.0	8.8	131.3	8.8	66.3	247.6
7	51.2	8.8	136.1	8.8	48.5	235.8

Exemple	Rapport Ox-2 : Ox-1	Rapport Ox-3 : Ox-1	TLA (%)	TE (%)	$\lambda_p$ (nm)	Pureté (%)	Coloration
1	2.52	1.12	76.1	41.3	493	2	violet rougeâtre
2	2.51	0.96	76.2	41.0	487	7	bleu verdâtre
3	2.52	0.88	75.5	40.7	495	2	vert bleuté
4	2.52	0.99	75.0	40.6	581	5	jaune verdâtre
5	2.56	1.30	76.1	41.1	554	4	violet bleuâtre
6	2.63	1.33	75.5	40.5	542	4	violet bleuâtre
7	2.66	0.95	75.1	39.9	486	9	bleu verdâtre

TABLEAU C

Exemple	Verre externe	Adhésif	Ox-1 (nm)	Ag-1 (nm)	Ox-2 (nm)	Ag-2 (nm)	Ox-3 (nm)	Ox total	Rapport Ox-2 : Ox-1	Verre interne
8	(I)	pvb	58.4	9.5	146.4	9.5	55.9	260.7	2.51	(II)
9	(III)	pvb	58.4	9.5	146.4	9.5	55.9	260.7	2.51	(III)
10	(IV)	pvb	58.4	9.5	146.4	9.5	55.9	260.7	2.51	(IV)

Exemple	TLA (%)	TE (%)	Couleur
8	70.9	35.6	vert
9	55.0	23.3	vert
10	30.3	14.1	vert

## REVENDICATIONS

1. Substrat revêtu, destiné à être incorporé à un vitrage feuilleté, possédant une transmission lumineuse élevée et une transmission énergétique faible, comprenant un substrat transparent portant deux couches métalliques constituées d'argent ou d'alliage d'argent et trois couches d'une matière diélectrique transparente non absorbante, séquentiellement depuis le substrat: première couche non absorbante / première couche métallique / deuxième couche non absorbante / seconde couche métallique / troisième couche non absorbante, caractérisé en ce que l'épaisseur géométrique totale des couches métalliques est comprise entre 16,5 et 22 nm, l'épaisseur optique de la première couche non absorbante est comprise entre 50 et 56 nm, l'épaisseur optique totale des couches non absorbantes est comprise entre 220 et 260 nm et le rapport d'épaisseur deuxième couche non absorbante/ première couche non absorbante est compris entre 2,1/1 et 2,8/1.

2. Substrat revêtu selon la revendication 1, caractérisé en ce que le rapport d'épaisseur deuxième couche non absorbante / première couche non absorbante est compris entre 2,10 et 2,40/1.

3. Substrat revêtu selon la revendication 1, caractérisé en ce que le rapport d'épaisseur deuxième couche non absorbante / première couche non absorbante est compris entre 2,45 et 2,65/1 et en ce que le rapport d'épaisseur troisième couche non absorbante / première couche non absorbante est compris entre 0,85 et 1,10/1.

4. Substrat revêtu selon la revendication 1, caractérisé en ce que le rapport d'épaisseur deuxième couche non absorbante / première couche non absorbante est compris entre 2,70/1 et 2,80/1.

5. Substrat revêtu selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'épaisseur géométrique totale des couches métalliques est comprise entre 16,5 et 20 nm.

6. Substrat revêtu selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que les couches métalliques comprennent de l'argent ou un alliage d'argent et de platine ou de palladium.

7. Substrat revêtu selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la matière des couches non absorbantes possède un indice de réfraction mesuré à 550 nm supérieur à 10 fois l'indice d'absorption spectrale et compris entre 1.85 et 2.2.

8. Substrat revêtu selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la matière des couches non absorbantes comprend un ou plusieurs composé(s) choisi(s) parmi l'oxyde d'étain ( $\text{SnO}_2$ ), l'oxyde de zinc ( $\text{ZnO}$ ), le nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) et le stannate de zinc ( $\text{Zn}_2\text{SnO}_4$ ).

5 9. Substrat revêtu selon la revendication 8, caractérisé en ce que chacune des couches non absorbantes comprend une sous-couche d'oxyde d'étain et une sous-couche d'oxyde de zinc.

10 10. Substrat revêtu selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'une couche de matière sacrificielle constituée de titane ou de zinc ne dépassant pas 15 nm d'épaisseur et faisant partie d'une couche non absorbante est en contact avec le dessus de chaque couche métallique.

11. Vitrage feuilleté comprenant un substrat revêtu selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la face du substrat portant le revêtement est interne au vitrage feuilleté.

15 12. Vitrage feuilleté selon la revendication 11, caractérisé en ce que sa transmission lumineuse est d'au moins 75% et sa transmission énergétique est inférieure à 42%.

20 13. Vitrage feuilleté selon la revendication 11, caractérisé en ce que sa transmission lumineuse est d'au moins 70% et sa transmission énergétique est inférieure à 37%.

14. Vitrage feuilleté selon la revendication 11, caractérisé en ce que sa transmission lumineuse est d'au moins 30% et sa transmission énergétique est inférieure à 25%.

25 15. Pare-brise de véhicule comprenant un vitrage feuilleté selon l'une des revendications 12 et 13.

16. Panneau vitré double caractérisé en ce qu'il comprend un vitrage feuilleté selon la revendication 11 à 14 et une feuille de matière vitreuse transparente lui faisant face, séparés par un volume gazeux intermédiaire délimité par un espaceur périphérique.

30 17. Procédé de fabrication d'un substrat revêtu destiné à un vitrage feuilleté possédant une transmission lumineuse élevée et une transmission énergétique faible, caractérisé en ce qu'il comprend le dépôt sur un substrat transparent de deux couches métalliques constituées d'argent ou d'alliage d'argent et de trois couches d'une matière diélectrique transparente  
35 non absorbante, séquentiellement depuis le substrat: première couche non absorbante / première couche métallique / deuxième couche non absorbante / seconde couche métallique / troisième couche non absorbante, caractérisé en ce que l'épaisseur géométrique totale des couches métalliques est comprise



entre 16,5 et 22 nm, l'épaisseur optique de la première couche non absorbante est comprise entre 50 et 56 nm, l'épaisseur optique totale des couches non absorbantes est comprise entre 220 et 260 nm et le rapport d'épaisseur deuxième couche non absorbante/ première couche non absorbante est  
5 compris entre 2,1/1 et 2,8/1.

18. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que la matière non absorbante comprend un ou plusieurs composé(s) choisi(s) parmi l'oxyde d'étain ( $\text{SnO}_2$ ), l'oxyde de zinc ( $\text{ZnO}$ ), le nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) et le stannate de zinc ( $\text{Zn}_2\text{SnO}_4$ ).

10 19. Procédé selon l'une des revendications 17 ou 18, caractérisé en ce que chacune des couches non absorbantes est une couche composite constituée de sous-couches successives de compositions différentes.

20. Procédé selon la revendication 19, caractérisé en ce que les sous-couches d'une couche non absorbante sont déposées simultanément.

15 21. Procédé selon l'une des revendications 17 à 20, caractérisé en ce qu'une couche mince de matière sacrificielle faisant partie d'une couche non absorbante est déposée sur chaque couche métallique

22. Procédé selon l'une des revendications 17 à 21, caractérisé en ce que les couches métalliques comprennent de l'argent ou un alliage d'argent et de platine ou de palladium.  
20

23. Procédé selon l'une des revendications 17 à 22, caractérisé en ce que les couches du revêtement sont appliquées par pulvérisation cathodique.